

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①⑪ N de publication :  
(à n'utiliser qu pour les  
commandes de reproduction)

**2 787 347**

②① N° d'enregistrement national : **98 16162**

⑤① Int Cl<sup>7</sup> : B 01 F 3/08, B 01 D 3/38, B 01 J 19/12, A 61 K 35/78,  
9/107, 7/00, A 23 L 1/29

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1**

②② Date de dépôt : 17.12.98.

③① Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 23.06.00 Bulletin 00/25.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥① Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : GATTEFOSSE S.A. Société anonyme  
— FR.

⑦② Inventeur(s) : LAFORET JEAN PIERRE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET LAURENT ET CHARRAS.

⑤④ PROCÉDE DE FABRICATION D'UNE EMULSION A BASE DE MATERIEL VEGETAL AROMATIQUE, EMULSION  
SUSCEPTIBLE D'ETRE OBTENUE PAR LEDIT PROCÉDE ET UTILISATION DE LADITE EMULSION.

⑤⑦ Procédé de fabrication d'une émulsion à base de ma-  
tériel végétal aromatique selon lequel:  
· on place du matériel végétal aromatique dans une en-  
ceinte chauffée en l'absence de tout solvant;  
· on soumet ensuite le matériel végétal à une irradiation  
par micro-ondes, en appliquant simultanément à l'intérieur  
de l'enceinte chauffée une pression réduite de manière à  
provoquer l'éclatement des structures cellulaires condui-  
sant à l'hydrodistillation de l'huile aromatique par entraîne-  
ment de celle-ci dans la vapeur d'eau issue du matériel  
végétal;  
· on réfrigère ensuite la vapeur d'eau contenant l'huile  
essentielle, afin d'obtenir une solution biphasique;  
· enfin, on agite la solution biphasique afin d'obtenir une  
émulsion.  
Emulsion susceptible d'être obtenue par ce procédé.

FR 2 787 347 - A1



**PROCEDE DE FABRICATION D'UNE EMULSION A BASE DE  
MATERIEL VEGETAL AROMATIQUE, EMULSION SUSCEPTIBLE  
D'ETRE OBTENUE PAR LEDIT PROCEDE ET UTILISATION DE  
LADITE EMULSION**

5

L'invention se rapporte à un procédé de fabrication d'une émulsion à base de matériel végétal aromatique. Elle concerne également l'émulsion susceptible d'être obtenue par ledit procédé et son utilisation.

10

Les huiles essentielles et les eaux distillées sont utilisées depuis de nombreuses années dans l'industrie cosmétique, mais également dans l'industrie alimentaire. Ces huiles et eaux sont des produits volatils et aromatiques extraits de végétaux, par distillation ou expression pour les premiers, uniquement par  
15 distillation pour les seconds.

Dans les deux cas, la distillation du matériel végétal est effectuée par entraînement à la vapeur d'eau des principes volatils de la plante. La vapeur d'eau est obtenue après ébullition d'un certain volume d'eau, choisi en fonction de la  
20 quantité de plante à distiller. On obtient en fin de procédé un produit biphasique constitué d'une phase aqueuse constituant l'eau distillée surmontée d'un surnageant huileux constituant les huiles essentielles. Phase aqueuse et phase huileuse sont ensuite séparées, la phase huileuse correspondant aux huiles essentielles, ou la phase aqueuse correspondant à l'eau distillée étant utilisées séparément dans la  
25 préparation de produits cosmétiques ou alimentaires, pour leur caractère aromatique et notamment pour l'odeur plus ou moins forte qu'elles dégagent.

Même si la distillation permet d'obtenir d'un côté des huiles essentielles et de l'autre, des eaux distillées riches en produits aromatiques, en aucun cas, on  
30 obtient un produit complètement naturel dans la mesure où l'eau conduisant à la formation de vapeur d'eau est de l'eau "externe", c'est-à-dire de l'eau apportée du milieu extérieur.

De plus, phase aqueuse et phase huileuse sont utilisées séparément, de  
35 sorte que l'on ne dispose pas d'un produit comprenant l'ensemble des composants volatils et aromatiques de la plante de base.

En d'autres termes, le problème que se propose de résoudre l'invention est multiple, puisqu'il vise :

- 5       ♦ d'une part, à proposer un produit utilisable sans que ce soit limitatif dans l'industrie cosmétique ou alimentaire, comprenant des composants volatils et aromatiques d'origine végétale, qui soit entièrement naturel ;
- ♦ d'autre part, à fournir un produit contenant l'ensemble des constituants aromatiques de la plante choisie ;
- 10       ♦ enfin, à proposer un procédé de fabrication simple en un nombre d'étapes réduit, qui puisse être mis en oeuvre à partir de la plante aromatique entière ou partie de ladite plante.

Pour ce faire, l'invention vise un procédé de fabrication d'une émulsion à base de matériel végétal aromatique selon lequel :

- 15       • on place du matériel végétal aromatique dans une enceinte chauffée en l'absence de tout solvant ;
- on soumet ensuite le matériel végétal à une irradiation par micro-ondes, en appliquant simultanément à l'intérieur de l'enceinte chauffée une pression réduite de manière à provoquer l'éclatement des structures
- 20       cellulaires conduisant à l'hydrodistillation de l'huile aromatique par entraînement de celle-ci dans la vapeur d'eau issue du matériel végétal ;
- on réfrigère ensuite la vapeur d'eau contenant l'huile essentielle, afin d'obtenir une solution biphasique ;
- enfin, on agite la solution biphasique afin d'obtenir une émulsion.

25

Le procédé d'extraction des principes volatils de la plante, par irradiation du matériel végétal par micro-ondes et sans solvant, est bien connu de l'homme du métier et plus particulièrement décrit dans le document FR-A-2 705 035.

30

Pour l'essentiel, ce procédé consiste à extraire l'huile essentielle entraînée dans le mélange azéotropique formé avec la vapeur d'eau propre au matériel végétal traité en l'absence de solvant. Sous l'effet conjugué du chauffage sélectif des micro-ondes et de la pression réduite appliquée de façon séquentielle dans l'enceinte d'extraction, l'eau de constitution de la plante entre brutalement en

35 ébullition. Le contenu des cellules est transféré vers l'extérieur du tissu biologique et l'huile essentielle est entraînée dans le mélange azéotropique formé avec la

vapeur d'eau propre au produit traité. Le vapeur d'eau contenant l'huile essentielle est ensuite condensée, puis refroidie avant décantation.

En d'autres termes, l'invention propose un procédé de fabrication en une  
5 seule étape d'une émulsion dans laquelle les huiles essentielles et l'eau de la plante, laquelle comprend également la fraction hydrosoluble des huiles essentielles sont remélangées, permettant de disposer ainsi d'un produit comprenant l'ensemble des essences aromatiques contenues dans le matériel végétal de base.

10 De plus, ce type de procédé d'extraction permet de disposer d'une émulsion naturelle dans la mesure où l'eau constituant la phase aqueuse est issue de l'eau même de la plante. En effet et comme déjà dit, l'eau résulte de l'évaporation de l'eau contenue dans le matériel végétal, laquelle est libérée après éclatement des structures cellulaires.

15 Selon un mode particulier de réalisation de l'invention, on mélange la solution biphasique avec un agent tensio-actif.

Avantageusement, la solution biphasique est préalablement homogénéisée.  
20

En pratique, l'homogénéisation peut être effectuée par agitation à faible vitesse de l'ordre de 100 tours/minute.

Pour obtenir une émulsion 100 % naturelle, l'agent tensio-actif est d'origine  
25 naturelle.

En pratique, l'agent tensio-actif est un émulsifiant naturel avantageusement choisi dans le groupe comprenant notamment les dérivés de sucre, les phospholipides, les esters de polyglycérol et leurs dérivés, les alkyl polyglucosides  
30 et leurs dérivés, seuls ou en mélange.

Comme déjà dit, l'invention se rapporte également à l'émulsion susceptible d'être obtenue par le procédé.

L'émulsion de l'invention se caractérise en ce qu'elle comprend :  
en tant que phase lipophile, des huiles essentielles extraites d'une plante aromatique ;  
• en tant que phase hydrophile, l'eau extraite de la même plante.

5

L'invention concerne également l'utilisation de l'émulsion à base de matériel végétal aromatique au sein d'une composition cosmétique, dermatopharmaceutique ou encore diététique.

10 L'émulsion de l'invention peut ainsi être incorporée dans des formes cosmétiques telles que crèmes, pommades ....

Elle peut également se présenter sous forme liquide utilisée comme boisson diététique ou alimentaire.

15

Dans une autre forme de réalisation, l'émulsion de l'invention comprend un agent tensio-actif d'origine naturelle.

Avantageusement, les phases lipophiles et hydrophiles représentent de  
20 99,5 % à 85% en poids de l'émulsion, le complément à 100 % étant constitué de l'agent tensio-actif.

L'invention et les avantages qui en découlent ressortiront mieux des exemples de réalisation suivants.

25

### **Exemple 1**

#### **Préparation d'une émulsion de menthe poivrée (mentha piperata)**

Comme déjà dit, le procédé d'extraction des huiles essentielles par  
30 irradiation par micro-ondes est connu, et décrit notamment dans le document FR-A-2 705 035, de même que la matériel de mise en œuvre du procédé.

Dans cet exemple, on utilise de la menthe congelée Gyma ® présentant 14,7% de matière sèche.

35

Compte tenu de la faible capacité de la machine utilisée (10 litres), on réalise deux essais successifs mettant en oeuvre 1,5 kg de menthe congelée.

La menthe poivrée est placée dans une enceinte à double enveloppe dont la température de la double enveloppe est de 60° C, de sorte que la température de la matière végétale est inférieure à 60° C.

La puissance des micro-ondes appliquée est de 600 watts.

10 Lors de l'extraction, on abaisse la pression à 100 mbar de façon intermittente.

La durée totale de l'extraction pour chaque essai est d'environ 20 minutes.

15 Dans le premier essai, on obtient 557 g de solution biphasique, tandis que le deuxième essai aboutit à l'obtention de 570 g de solution.

La solution est ensuite homogénéisée par agitation au Turbula ® à une vitesse de 90 tours par minute pendant 30 minutes.

20

On fabrique ensuite l'émulsion de l'invention en mélangeant la solution biphasique obtenue avec un agent tensio-actif d'origine naturelle.

Le mélange est effectué pendant 30 minutes par agitation à raison de 90  
25 tours par minute au Turbula ®.

Les agents tensio-actifs utilisés sont au choix le sucrose cocoate, le décyl glucoside et un mélange de phospholipides (lécithine glycérine et d'alcool), dénommé encore Pro lipo duo.

30

Dans le tableau suivant figure la composition de chacune des émulsions fabriquées (en grammes) en faisant varier les proportions de chacun des constituants.

35

Solution biphasique	19,8	19,5	19	18
Sucrose cocoate	0,2	0,5	1	2
Decyl glucoside	0,2	0,5	1	2
Pro lipo duo	0,2	0,5	1	2

Dans tous les cas, on obtient une émulsion stable à température ambiante.

### **Exemple 2**

#### **5      Préparation d'une émulsion de mélisse**

On procède de la même façon que dans l'exemple 1 en remplaçant la menthe par des feuilles de mélisse.

### **10      Exemple 3**

#### **Préparation d'une émulsion de genévrier**

On procède de la même façon que dans l'exemple 1 en remplaçant la menthe par des baies de genévrier.

15

### **Exemple 4**

#### **Préparation d'une émulsion de pamplemousse**

On procède de la même façon que dans l'exemple 1 en remplaçant la  
20 menthe par du pamplemousse (fruit).

Les avantages de l'invention ressortent bien de la description.

Ainsi, le procédé de préparation de l'émulsion de l'invention permet  
25 d'obtenir un produit naturel et riche en essences aromatiques, dans la mesure où au sein d'une même composition, il renferme l'eau distillée et les huiles essentielles, l'eau distillée étant constituée de l'eau même de la plante.

2787347

7

En outre, le procédé est simple à mettre en oeuvre et nécessite une seule étape de fabrication.



**REVENDEICATIONS**

1/ Procédé de fabrication d'une émulsion à base de matériel végétal aromatique selon lequel :

- 5           • on place du matériel végétal aromatique dans une enceinte chauffée en l'absence de tout solvant ;
- on soumet ensuite le matériel végétal à une irradiation par micro-ondes, en appliquant simultanément à l'intérieur de l'enceinte chauffée une
- 10           pression réduite de manière à provoquer l'éclatement des structures cellulaires conduisant à l'hydrodistillation de l'huile aromatique par entraînement de celle-ci dans la vapeur d'eau issue du matériel végétal ;
- on réfrigère ensuite la vapeur d'eau contenant l'huile essentielle, afin d'obtenir une solution biphasique ;
- enfin, on agite la solution biphasique afin d'obtenir une émulsion.

15

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on mélange la solution biphasique avec un agent tensio-actif.

3/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution

20 biphasique est préalablement homogénéisée avant mélange avec l'agent tensio-actif.

4/ Procédé selon l'une des revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que l'agent tensio-actif est d'origine naturelle.

25

5/ Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que l'agent tensioactif est un émulsifiant naturel choisi dans le groupe comprenant les dérivés de sucre, les phospholipides, les esters de polyglycerol et leurs dérivés, les alkyl polyglucosides et leurs dérivés, seuls ou en mélange.

30

6/ Emulsion susceptible d'être obtenue selon l'une des revendications 1 à 5.

35

7/ Emulsion à base de matériel végétal aromatique caractérisée en ce qu'elle comprend :

- en tant que phase lipophile, des huiles essentielles extraites d'une plante aromatique ;
- 5      • en tant que phase hydrophile, l'eau extraite de la même plante.

8/ Emulsion selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'elle comprend un agent tensio-actif d'origine naturelle.

10      9/ Emulsion selon les revendications 7 et 8, caractérisée en ce que les phases lipophiles et hydrophiles représentant de 99,5 % à 85% en poids de l'émulsion, le complément à 100 % étant constitué de l'agent tensio-actif.

15      10/ Utilisation de l'émulsion objet des revendications 6 à 9 dans une composition cosmétique, dermopharmaceutique ou diététique.

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2787347

N° d'enregistrement  
national

INSTITUT NATIONAL

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE**

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

FA 566755  
FR 9816162

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	WO 97 18283 A (PHYBIOTEX) 22 mai 1997 (1997-05-22) * revendications *	1-10
A	EP 0 294 177 A (UNILEVER) 7 décembre 1988 (1988-12-07) * revendications *	1-10
D, A	FR 2 705 035 A (ARCHIMEX) 18 novembre 1994 (1994-11-18) * revendications *	1-10
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
		C11B A23L A23F
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
7 septembre 1999		Van Moer, A
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C13)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**